

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**



IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

IN RE APPLICATION OF: Dennis Robert SIMONS, et al.

GAU:

SERIAL NO: 10/725,426

EXAMINER:

FILED: December 3, 2003

FOR: METHOD OF MANUFACTURING AN OPTICAL FIBRE

REQUEST FOR PRIORITY

COMMISSIONER FOR PATENTS
ALEXANDRIA, VIRGINIA 22313

SIR:

- ☐ Full benefit of the filing date of U.S. Application Serial Number , filed , is claimed pursuant to the provisions of 35 U.S.C. §120.
- ☐ Full benefit of the filing date(s) of U.S. Provisional Application(s) is claimed pursuant to the provisions of 35 U.S.C. §119(e): Application No. Date Filed
- ☒ Applicants claim any right to priority from any earlier filed applications to which they may be entitled pursuant to the provisions of 35 U.S.C. §119, as noted below.

In the matter of the above-identified application for patent, notice is hereby given that the applicants claim as priority:

<u>COUNTRY</u>	<u>APPLICATION NUMBER</u>	<u>MONTH/DAY/YEAR</u>
NETHERLANDS	1022087	December 5, 2002

Certified copies of the corresponding Convention Application(s)

- ☒ are submitted herewith
- ☐ will be submitted prior to payment of the Final Fee
- ☐ were filed in prior application Serial No. filed
- ☐ were submitted to the International Bureau in PCT Application Number
Receipt of the certified copies by the International Bureau in a timely manner under PCT Rule 17.1(a) has been acknowledged as evidenced by the attached PCT/IB/304.
- ☐ (A) Application Serial No.(s) were filed in prior application Serial No. filed ; and
- ☐ (B) Application Serial No.(s)
☐ are submitted herewith
☐ will be submitted prior to payment of the Final Fee

Respectfully Submitted,

OBLON, SPIVAK, McCLELLAND,
MAIER & NEUSTADT, P.C.


Gregory J. Maier

Registration No. 25,599

Joseph A. Scafetta, Jr.
Registration No. 26, 803

Customer Number

22850

Tel. (703) 413-3000
Fax. (703) 413-2220
(OSMMN 05/03)

KONINKRIJK DER



NEDERLANDEN

Bureau voor de Industriële Eigendom

Hierbij wordt verklaard, dat in Nederland op 5 december 2002 onder nummer 1022087,
ten name van:

DRAKA FIBRE TECHNOLOGY B.V.

te Eindhoven

een aanvraag om octrooi werd ingediend voor:

"Werkwijze ter vervaardiging van een optische vezel",

en dat de hieraan gehechte stukken overeenstemmen met de oorspronkelijk ingediende stukken.

Rijswijk, 8 december 2003

De Directeur van het Bureau voor de Industriële Eigendom,
voor deze,

A handwritten signature in dark ink, appearing to read 'I.W. Scheevelenbos-de Reus'.

Mw. I.W. Scheevelenbos-de Reus

U I T T R E K S E L

De onderhavige uitvinding heeft betrekking op een werkwijze ter vervaardiging van een optische vezel door het in een substraatbuis uitvoeren van één of meer chemische dampdepositiereacties, welke werkwijze de volgende stappen omvat

i) Het aan de substraatbuis toevoeren van één of meer, al of niet van doteringen voorziene glasvormende precursors,

ii) Het aan de substraatbuis toevoeren van een stoichiometrische overmaat hoeveelheid zuurstof,

iii) Het in de substraatbuis tot stand brengen van een reactie tussen de in stap i) en ii) toegevoerde reactanten om depositie van één of meer glaslagen op het inwendige van de substraatbuis tot stand te brengen,

iv) De aldus in stap iii) beklede substraatbuis onderwerpen aan een collapse-handeling ter vorming van een voorvorm en tenslotte

v) Het onder verwarmen uit de voorvorm trekken van een optische vezel en het afkoelen hiervan.

Korte aanduiding: Werkwijze ter vervaardiging van een optische vezel.

De onderhavige uitvinding heeft betrekking op een werkwijze ter vervaardiging van een optische vezel door het in een substraatbuis uitvoeren van één of meer chemische dampdepositiereacties, welke werkwijze de volgende stappen omvat

i) Het aan de substraatbuis toevoeren van één of meer, al of niet van doteringen voorziene glasvormende precursors,

ii) Het aan de substraatbuis toevoeren van een stoichiometrische overmaat hoeveelheid zuurstof,

iii) Het in de substraatbuis tot stand brengen van een reactie tussen de in stap i) en ii) toegevoerde reactanten om depositie van één of meer glaslagen op het inwendige van de substraatbuis tot stand te brengen,

iv) De aldus in stap iii) beklede substraatbuis onderwerpen aan een collapse-handeling ter vorming van een voorvorm en tenslotte

v) Het onder verwarmen uit de voorvorm trekken van een optische vezel en het afkoelen hiervan.

Een dergelijke werkwijze is op zich bekend uit het Amerikaans octrooischrift 4.314.833 waarbij de depositiesnelheid wordt verhoogd zonder het vormen van fijne glasdeeltjes in de gasfase en waarbij de inwendige diameter van de substraatbuis na de depositiehandeling zo gering mogelijk wordt gehouden om een probleemvrije collapse-handeling te garanderen. Volgens dit Amerikaans octrooischrift werd verrassenderwijs gevonden dat er een eenvoudige relatie bestaat tussen de inwendige diameter van de substraatbuis tijdens de depositiehandeling en de maximum depositiesnelheid waarbij geen fijne glasdeeltjes in de gasfase worden gevormd. Voor de depositiehandeling werd een onderscheid gemaakt tussen een drietal afzonderlijke gebieden, te weten een eerste gebied waarin fijne glasdeeltjes in de gasfase worden gevormd, een tweede gebied waarin de ondergrens voor de inwendige

diameter van de substraatbuis bij een bepaalde depositiesnelhedi is aangegeven, en tenslotte een derde gebied liggend tussen de hiervoor genoemde eerste en tweede gebieden, welk derde gebied de voorkeur verdienende omstandigheden definieert. Hierbij kan verder nog worden opgemerkt dat de met glaslagen te bedekken substraatbuis en de dikte van de door depositie aan te brengen lagen zodanig moeten worden gekozen dat de opvolgende collapse-handeling geen aanvullende problemen mag veroorzaken. Indien namelijk aan het einde van de depositiehandeling de inwendige diameter van de substraatbuis te groot is, kunnen tijdens de collapse-handeling bepaalde problemen optreden, zoals bijvoorbeeld de vorming van een elliptische voorvorm, een voorvorm die doorzakt of andere geometrische fouten bezit, waarbij is aangegeven dat hoe korter de collapse-handeling duurt, hoe groter een mate van rotatiesymmetrie in de voorvorm zal worden verkregen.

Een door de onderhavige uitvinders gesignaleerd nadeel van het hiervoor genoemde Amerikaanse octrooischrift is dat slechts experimentele resultaten zijn weergegeven van afzetsnelheden variërend van 0,08 g/minuut tot 0,45 g/minuut, welke waarden in de huidige tijd onvoldoende hoog zijn. Daarnaast verschaft de in het hiervoor genoemde Amerikaanse octrooischrift ingesloten grafiek geen informatie met betrekking tot hogere afzetsnelheden, bijvoorbeeld hoger dan 2,0 g/minuut. De onderhavige uitvinders hebben dan ook gevonden dat bij afzetsnelheden hoger dan 2 g/minuut de in het hiervoor genoemde Amerikaanse octrooischrift gesuggereerde procesomstandigheden niet meer gelden.

Het doel van de onderhavige uitvinding is aldus het verschaffen van een werkwijze ter vervaardiging van een optische vezel, welke werkwijze de voor hoge afzetsnelheden vereiste procesomstandigheden nauwkeurig definieert.

Nog een ander doel van de onderhavige uitvinding is het verschaffen van een werkwijze ter vervaardiging van een optische vezel,

welke werkwijze zodanige procesomstandigheden definieert dat onder toepassing van een hoge afzetsnelheid de vorming van kleine glasdeeltjes in de gasfase wordt voorkomen.

5 Nog een ander doel van de onderhavige uitvinding is het verschaffen van een werkwijze ter vervaardiging van een optische vezel, welke werkwijze na de depositie van een of meer glaslagen op het inwendige van de substraatbuis een zodanige geometrie aan de substraatbuis verleent dat de aansluitende stap van collapse-handeling een rotatie-symmetrische voorvorm oplevert.

10 De werkwijze zoals vermeld in de aanhef wordt gekenmerkt doordat tijdens de depositie volgens stap iii) het Reynoldsgetal voldoet aan $64 < Re < 180$, waarin het Reynoldsgetal is berekend op basis van de in stap i) en stap ii) aan de substraatbuis toegevoerde reactanten, onder de tijdens stap iii) in het inwendige van de substraatbuis heersende
15 temperatuur- en drukomstandigheden.

Door het uitvoeren van de werkwijze zoals hiervoor omschreven worden de doelstellingen volgens de onderhavige uitvinding bereikt. Het Reynoldsgetal (Re) is een voor deskundigen op dit gebied bekende dimensieloze parameter en samengesteld uit het product van
20 dichtheid, gassnelheid en inwendige diameter substraatbuis, gedeeld door de viscositeit, waarbij de waarden zijn gebaseerd op de aan het inwendige van de substraatbuis toegevoerde gassen, in het bijzonder de tot het mengsel van gassen behorende fysische waarden. Uit de ingesloten voorbeelden en ter vergelijking dienende voorbeelden volgt het belang van
25 de waarde van het Reynoldsgetal op de onderhavige werkwijze.

In de onderhavige werkwijze verdient het met name de voorkeur dat tijdens stap iii) een druk van 4-35 mbar wordt toegepast.

Daarnaast verdient het de voorkeur dat tijdens stap iii) de substraatbuis een temperatuur van 1000-1150 °C bezit.

30 Het is tevens gewenst dat tijdens stap ii) een stoichiometrische overmaat hoeveelheid zuurstof in het gebied 1,8-5,0

wordt toegepast.

Voor het tot stand brengen van een reactie tussen de in stap i) en ii) toegevoerde reactanten wordt bij voorkeur in het inwendige van de substraatbuis een plasma gegenereerd om aldus depositie van een of meer glaslagen te bewerkstelligen, waarbij het de voorkeur verdient dat tijdens stap iii) de plasmazone ten opzichte van de substraatbuis wordt bewogen. Aldus verdient het de voorkeur dat de onderhavige werkwijze wordt uitgevoerd volgens het Plasma Chemical Vapour Deposition (PCVD) proces.

De onderhavige uitvinders hebben verrassenderwijs gevonden dat niet de afzetsnelheid, zoals gesuggereerd in het hiervoor besproken Amerikaans octrooischrift 4.314.833, welke parameter in feite een afgeleide grootheid is, maar dat de totale gassnelheid, te weten de aan het inwendige van de substraatbuis toegevoerde glasvormende gassen, met name geschikt is voor het karakteriseren van de gewenste procesomstandigheden.

Indien tijdens stap iii) de substraatbuis met een temperatuur lager dan 1000 °C wordt toegepast, zal dit tot een ongewenste inbouw van chloor in de afgezette glaslagen leiden. Indien daarentegen de substraatbuis met een temperatuur hoger dan 1150 °C wordt toegepast, zal vervorming van de substraatbuis, in het bijzonder zogenaamde onrondheid, optreden. Voor de in stap iii) van de onderhavige werkwijze toegepaste druk in de substraatbuis geldt dat bij een waarde hoger dan 35 mbar veel verontreinigingen in de afgezette glaslagen worden ingebouwd, hetgeen ongewenst is. Met name leidt de inbouw van chloor tot problemen, in het bijzonder omdat er belletjes ontstaan. Indien daarentegen de druk in de substraatbuis tijdens stap iii) van de onderhavige werkwijze lager dan 4 mbar is, wordt het plasma langer en neemt bij gelijkblijvend hoogfrequent vermogen de intensiteit van het plasma af, resulterend in een onvoldoende conversie van chloriden in oxiden. Ten aanzien van de in de onderhavige werkwijze toegepaste stoichiometrische overmaat

hoeveelheid zuurstof kan worden opgemerkt dat een overmaat beneden een waarde van 1,8 problemen zal verschaffen ten aanzien van de stabiliteit van het plasma, waardoor een ongewenste inbouw van chloor in de afgezette lagen zal geschieden. Indien daarentegen een stoichiometrische overmaat
5 hoeveelheid zuurstof van meer dan 5,0 wordt toegepast, zal dit resulteren in een te hoge gassnelheid in het plasma, waardoor de verblijftijd van de reactieve gassen in de reactiezone te laag is en derhalve het omzettingsrendement ongewenst zal dalen. Bovendien zal ook een ongewenste vorming van kleine glasdeeltjes optreden. Hierbij kan tevens nog worden
10 opgemerkt dat het voor de depositie benodigde ingekoppelde plasmavermogen direct is gerelateerd aan de aan het inwendige van de substraatbuis toegevoerde hoeveelheid glasvormende moleculen.

De onderhavige uitvinders hebben aldus gevonden dat voor het verkrijgen van een inbouwrendement van SiO_2 (en eventuele doteringen)
15 van meer dan 90% het Reynoldsgetal niet groter mag zijn dan 180 om de vorming van kleine glasdeeltjes te voorkomen, in het bijzonder bij de maximale stoichiometrische overmaat hoeveelheid zuurstof. Verder hebben de onderhavige uitvinders gevonden dat het Reynoldsgetal ten minste 64 moet bedragen omdat bij een lagere waarde het plasma een aanzienlijke
20 instabiliteit zal vertonen, in het bijzonder bij een minimale stoichiometrische overmaat hoeveelheid zuurstof.

De ingesloten figuur vertoont het zogenaamde werkgebied of process window voor PCVD, waarbij op de horizontale as de inwendige diameter van de substraatbus (mm) en op de verticale as de totale
25 stroomsnelheid van de aan het inwendige van de substraatbuis toegevoerde gassen is weergegeven. Voor het verkrijgen van een afzetrendement van meer dan 90%, bij een afzetsnelheid groter dan 2 g/minuut, verdient het de voorkeur dat het werkgebied, waarbij aan de hiervoor genoemde eisen wordt voldaan, zich bevindt tussen de bovenste lijn, corresponderend met
30 een Reynoldsgetal van 180, en de onderste lijn, corresponderend met een Reynoldsgetal van 64. In de ingesloten figuur is tevens een minimale

afzetsnelheid van 2 g/minuut aangegeven.

De onderhavige uitvinding zal hierna aan de hand van een aantal voorbeelden en ter vergelijking dienende voorbeelden worden toegelicht, waarbij echter dient te worden opgemerkt dat de onderhavige uitvinding in geen geval tot dergelijke bijzondere voorbeelden is beperkt.

Voorbeeld 1.

Een glazen substraatbuis met een inwendige diameter van 26 mm werd aan de binnenzijde hiervan voorzien van lagen SiO_2 en SiO_2 gedoteerd met GeO_2 . Deze lagen werden met behulp van PCVD-techniek afgezet onder toepassing van een totale afzetsnelheid van 2,5 g/minuut. De overmaat aan zuurstof bedroeg 3,5 en de maximale totale gasflow door het inwendige van de substraatbuis werd ingesteld op 4196 sccm. De minimale druk in de substraatbuis tijdens het afzetten van de lagen werd gehandhaafd op een waarde groter dan 10 mbar en een maximale druk in de substraatbuis tijdens het afzetten werd gehandhaafd op een waarde lager dan 30 mbar. Aan het begin van de depositie, waarbij sprake was van een inwendige substraatbuisdiameter van 26 mm, bedroeg het Reynoldsgetal voor het gasmengsel bij een inwendige substraatbuistemperatuur van 1100 °C, 113. Het afzetten van de lagen werd beëindigd bij een inwendige substraatbuisdiameter van 18 mm, waarbij het Reynoldsgetal een waarde van 163 bezat. De buis werd vervolgens gecontraheerd tot een massieve voorvorm, waaruit een optische vezel van goede kwaliteit werd verkregen.

Voorbeelden 2-3 en ter vergelijking dienende voorbeelden

1-2.

In substraatbuizen met een inwendige diameter van 20 mm werd gedurende 1 uur SiO_2 afgezet met behulp van PCVD-techniek. De toegevoegde hoeveelheid SiCl_4 bedroeg steeds 933 sccm (voldoende voor een afzetsnelheid van ten minste 2,5 g/minuut bij een afzetrendement van 100%). De overmaat hoeveelheid zuurstof bij elk experiment werd gevarieerd waardoor de totale flow en het Reynoldsgetal bij elk

experiment varieerden. De overige condities (druk en temperatuur) werden op dezelfde waarde als in het hiervoor vermelde Voorbeeld 1 gehandhaafd. Aan het einde van elk experiment werd met behulp van de gemeten gewichtstoename van de substraatbuis het afzetrendement berekend. De resultaten zijn in onderstaande tabel weergegeven.

Voorbeeld	O ₂ overmaat	Reynoldsgetal	Afzetrendement
Voorbeeld 2	3	136	95%
Voorbeeld 3	4,5	169	93%
Ter vergelijking dienend voorbeeld 1	5	181	89%
Ter vergelijking dienend voorbeeld 2	6	209	80%

Uit de hiervoor weergegeven tabel volgt dat bij een Reynoldsgetal hoger dan 180 het afzetrendement lager is dan 90%, welke waarde derhalve kritisch is.

Ter vergelijking dienende voorbeelden 3-4.

In een substraatbuis met een inwendige diameter van 29 mm werden met behulp van de PCVD-techniek glaslagen afgezet met een constant toegevoerde hoeveelheid SiCl₄ van 784 sccm. In ter vergelijking dienend voorbeeld 3 werd de overmaat zuurstof langzaam verlaagd van 5 naar 1,5. Bij een zuurstofovermaat van 1,8 en een bijbehorend Reynoldsgetal van 64 traden er in het plasma instabiliteiten op die zichtbaar waren door ernstige drukvariaties in de substraatbuis. Een verdere verlaging van de zuurstofovermaat deed het plasma tenslotte doven.

In ter vergelijking dienend voorbeeld 4 werd het hiervoor genoemde experiment herhaald, echter met een substraatbuis voorzien van een inwendige diameter van 37 mm en een constante hoeveelheid SiCl₄ van 933 sccm. Ook in dit ter vergelijking dienend voorbeeld was er sprake van

een instabiel plasma bij een zuurstofovermaat van 2 of lager en een bijbehorend Reynoldsgetal van 64.

Conclusies.

1. Werkwijze ter vervaardiging van een optische vezel door het in een substraatbuis uitvoeren van één of meer chemische dampdepositiereacties, welke werkwijze de volgende stappen omvat

i) Het aan de substraatbuis toevoeren van één of meer, al of niet van doteringen voorziene glasvormende precursors,

ii) Het aan de substraatbuis toevoeren van een stoichiometrische overmaat hoeveelheid zuurstof,

iii) Het in de substraatbuis tot stand brengen van een reactie tussen de in stap i) en ii) toegevoerde reactanten om depositie van één of meer glaslagen op het inwendige van de substraatbuis tot stand te brengen,

iv) De aldus in stap iii) beklede substraatbuis onderwerpen aan een collapse-handeling ter vorming van een voorvorm en tenslotte

v) Het onder verwarmen uit de voorvorm trekken van een optische vezel en het afkoelen hiervan, met het kenmerk, dat tijdens de depositie volgens stap iii) het Reynoldsgetal voldoet aan $64 < Re < 180$, waarin het Reynoldsgetal is berekend op basis van de in stap i) en stap ii) aan de substraatbuis toegevoerde reactanten, onder de tijdens stap iii) in het inwendige van de substraatbuis heersende temperatuur- en drukomstandigheden.

2. Werkwijze volgens conclusie 1, met het kenmerk, dat tijdens stap iii) een druk van 4-35 mbar wordt toegepast.

3. Werkwijze volgens een of meer van de voorafgaande conclusies, met het kenmerk, dat tijdens stap iii) de substraatbuis een temperatuur van 1000-1150 °C bezit.

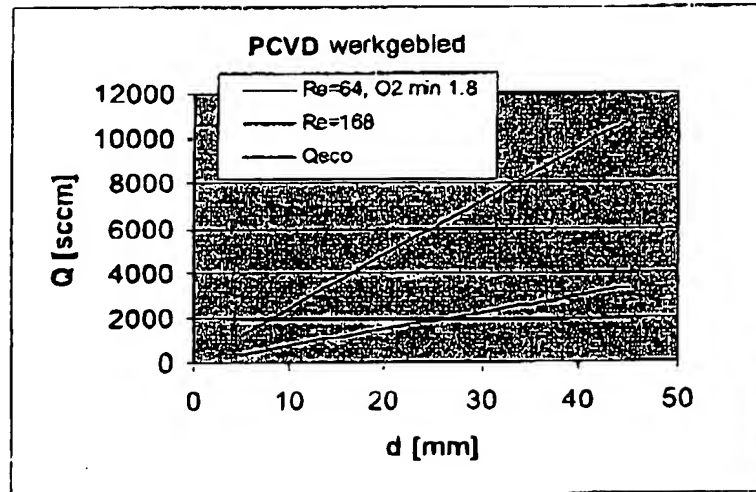
4. Werkwijze volgens een of meer van de voorafgaande conclusies, met het kenmerk, dat tijdens stap ii) een stoichiometrische overmaat hoeveelheid zuurstof in het gebied 1,8-5,0 wordt toegepast.

5. Werkwijze volgens een of meer van de voorafgaande

conclusies, met het kenmerk, dat stap iii) het vormen van een plasma binnen de substraatbuis omvat om depositie van een of meer glaslagen te bewerkstelligen.

5 6. Werkwijze volgens conclusie 5, met het kenmerk, dat tijdens stap iii) de plasmazone ten opzichte van de substraatbuis wordt bewogen.

7. Werkwijze volgens een of meer van de voorafgaande conclusies, met het kenmerk, dat in stap iii) een depositiesnelheid van ten minste 2 g/minuut wordt toegepast.



Figuur